



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2018-0070927
(43) 공개일자 2018년06월27일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
H05H 1/42 (2006.01) B22F 3/105 (2006.01)
B22F 9/04 (2006.01) H05H 1/34 (2006.01)
(52) CPC특허분류
H05H 1/42 (2013.01)
B22F 3/105 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2016-0173517
(22) 출원일자 2016년12월19일
심사청구일자 2016년12월19일

(71) 출원인
인하대학교 산학협력단
인천광역시 남구 인하로 100, 인하대학교 (용현동)
(72) 발명자
박동화
서울특별시 서초구 명달로1길 51 (방배동, 방배어울림) 102동 201호
정우재
인천광역시 남구 인주대로224번길 18 (용현동, 인하오피스텔)402호
(74) 대리인
이원희

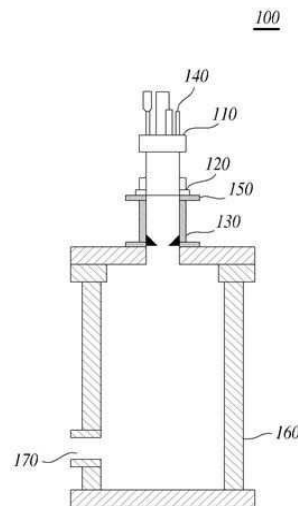
전체 청구항 수 : 총 9 항

(54) 발명의 명칭 타이타늄 및 탄소나노섬유를 포함하는 복합 나노 분말의 제조방법 및 이를 제조하기 위한 플라스마 장치

(57) 요약

본 발명은 플라스마 장치 및 나노 분말의 제조방법에 관한 것으로, 본 발명의 실시 예를 따르는 플라스마 장치는, 플라스마를 발생시키는 토치; 상기 토치에서 발생하는 플라스마의 유동 방향으로 연장되는 반응관; 및 상기 반응관은 상기 반응관의 중심축에서 벗어난 방향으로 분말을 주입하는 제 2분말 투입구를 포함하는 것을 포함한다. 또한 본 발명의 또 다른 실시 예를 따르는 나노 분말의 제조방법은, 토치에서 플라스마를 발생시키는 단계(단계 1); 상기 토치 내부로 제 1분말을 주입하는 단계(단계 2); 상기 토치 내부로 주입된 제 1분말이 반응관으로 이동하는 단계(단계3); 상기 반응관으로 제 2분말을 주입하는 단계(단계 4); 및 상기 제 2분말이 회전하는 단계 (단계 5); 를 포함한다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

B22F 9/04 (2013.01)

H05H 1/34 (2013.01)

B22F 2201/02 (2013.01)

B22F 2201/11 (2013.01)

B22F 2202/13 (2013.01)

H05H 2245/124 (2013.01)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 54053-01

부처명 산업통상자원부

연구관리전문기관 한국산업기술진흥원

연구사업명 지역혁신센터사업(RIC)

연구과제명 열플라즈마환경기술연구센터 2016년도 성과활용사업

기 여 율 1/1

주관기관 인하대학교 산학협력단

연구기간 2016.03.01 ~ 2017.02.28

명세서

청구범위

청구항 1

플라즈마를 발생시키는 토치; 및

상기 토치에서 발생하는 플라즈마의 유동 방향으로 연장되는 반응관; 을 포함하고, 상기 반응관은 제 2분말 투입구를 포함하고, 상기 제 2분말 투입구는 상기 반응관의 중심축에서 벗어난 방향으로 분말을 주입하는 플라즈마 장치.

청구항 2

제 1항에 있어서,

상기 반응관은 상기 플라즈마의 유동 방향을 축으로 제 2분말을 회전하도록 구성된 플라즈마 장치.

청구항 3

제 2항에 있어서,

상기 반응관은 상단부에서 하단부로 갈수록 내부 직경이 작아지는 플라즈마 장치.

청구항 4

제 1항에 있어서,

상기 발생된 플라즈마에 분말을 주입하는 제 1분말 투입장치 및 제 2분말 투입장치; 를 더 포함하는 플라즈마 장치.

청구항 5

제 4항에 있어서,

상기 제 1분말 투입장치는 상기 토치로 제 1분말을 공급하는 플라즈마 장치.

청구항 6

제 4항에 있어서,

상기 제 2분말 투입장치는 상기 반응관으로 제 2분말을 공급하는 플라즈마 장치.

청구항 7

토치에서 플라즈마를 발생시키는 단계(단계 1);

상기 토치 내부로 제 1분말을 주입하는 단계(단계 2);

상기 토치 내부로 주입된 제 1분말이 반응관으로 이동하는 단계(단계3);

상기 반응관으로 제 2분말을 주입하는 단계(단계 4); 및

상기 제 2분말이 회전하는 단계 (단계 5);
를 포함하는 나노 분말의 제조방법.

청구항 8

제 7항에 있어서,

상기 단계 5에서 상기 제 2분말의 회전 반경은 상기 제 2분말이 상기 반응관의 하부로 이동함에 따라 작아지는 나노 분말의 제조방법.

청구항 9

제 7항에 있어서,

상기 단계 1의 플라즈마 발생 가스는 아르곤 또는 질소인 나노 분말의 제조방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 타이타늄 및 탄소나노섬유를 포함하는 복합 나노 분말의 제조방법 및 이를 제조하기 위한 플라즈마 장치에 관한 것이다.

배경 기술

[0003] 탄소나노섬유는 탄소를 90%이상 포함하고 있는 1 μm 미만의 굵기를 갖고 있는 섬유상 물질을 지칭하는 것으로 그것의 형상과 미세구조에 따라서 그 응용 분야가 다르다. 우선 탄소원소의 기본특성이 재료를 형성했을 때 sp , sp^2 , sp^3 의 혼성에 의한 결합을 하기 때문에 다이아몬드와 같은 높은 강도, 흑연과 같은 우수한 전기, 열 전도성 및 화학적으로 안정하고 생체친화적인 특성을 나타낸다.

[0004] 이러한 구조적인 특성을 가지고 있는 물질이 직경이 나노섬유화 되었을 때, 상대적으로 비표면적이 커지고 거기에 세공이 도입되었을 때 그 세공의 기능 즉 흡착특성은 극대화된다. 한편, 비표면적이 큰 특성은 그 표면에 촉매를 올리는 촉매 지지체로 응용했을 때 그 효율이 극대화된다. 한편, 이 나노섬유를 만드는 과정이나 처음 프리커서 물질에 따라서 그 기본구조가 달라지고 물성이 달라지기 때문에 그 용도가 달라진다.

[0006] 나노 분말이라 하면 100 nm 이하의 크기를 갖는 미립자로서 단위 부피당 높은 표면적을 가지고 있기 때문에 마이크로 크기에서는 볼 수 없었던 표면효과에 의한 촉매능, 이물질의 흡착능, 강한 응집력, 모세관 응축 등의 성질을 나타낸다.

[0007] 나노분말 제조 공정에는 출발상의 종류에 따라 고상법, 액상법, 기상합성법 등이 있다. 현재 나노분말 제조 공정에 있어서는 액상 중에서의 입자 생성, 즉 용액중의 이온 회합에 의한 침전을 이용한 화학적 방법인 액상법을 가장 많이 사용하고 있으나, 여과 및 건조공정이 매우 복잡하며 높은 순도의 유지가 어려운 실정이다. 이러한 문제점을 토대로 나노 분말 제조 공정으로 기상공정이 가장 이상적인 최적의 공정으로 부각되고 있다. 이는 생성조건에 따라 입자 크기 분포를 쉽게 조절할 수 있고, 공정이 매우 간단하며, 개입되는 화학물질의 수가 적어 화학적 균질성을 갖는 나노분말 제조가 가능하기 때문이다. 기상법 중에서도 상용화가 입증된 기술로는 플라즈마를 이용한 합성법(plasma combustion)(미국 특허등록 제 5486675호), 열 합성법(fuel gas combustion)(미국 특허등록 제 5788738호) 등이 보고되고 있다. 그러나 상기의 기술들은 금속계의 나노 입자분말을 얻기 위해서 공급되는 전구체(precursor)가 그 금속원소가 포함된 액상의 형태, 즉, 염이나 수산화물, 질화물 또는 그들이 용매에 풀어져 있는 상태의 현탁액(suspension)으로 공급되어야 한다. 따라서 입자의 회수율이 작고, 공정이 공

기 중에서 이루어지므로 합성 후의 입자가 용이하게 산화되는 문제점이 있다.

[0008] 상기의 문제점을 해결하기 위하여, 대한민국 특허등록 제726592호에서는 플라즈마 연소기법을 쓰되 합성이 진공 중에서 이루어지게 하면서 합성 반응실에 공급되는 초기 원료가 고체형태를 가지면서 초기 원료의 형상에 관계 없이 나노(nano) 크기의 금속 입자가 산화되지 않고 얻어지는 신 공정법으로, RF 플라즈마 연소장치를 이용하여 발생 가스의 유량과 압력을 제어하여 동(Cu) 또는 동(CU) 합금조성의 나노 분말을 제조하는 방법을 개시하였다.

[0009] 그러나, 상기 RF 플라즈마는 전원이 상당히 고가이며 플라즈마 측의 조건 변동에 대해 잘 정합시키지 않으면 불안정하게 되기 쉽다. 또한, 에너지 손실이 높고 효율이 낮은 문제가 있으며, 원료물질로 마이크로 크기의 구리를 사용하기 때문에 반드시 이송가스가 필요하므로 제조비용이 상승하는 문제가 있다.

선행기술문헌

특허문헌

[0011] (특허문헌 0001) 미국 특허등록 제 5486675호
(특허문헌 0002) 대한민국 특허등록 제726592호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0012] 본 발명의 목적은 원료물질 자체인 탄소나노섬유의 구조적 결함을 최소화하고 본연의 형상을 유지하여 복합 나노분말을 제조하는 플라즈마 장치를 제공하는 것이다.

[0014] 또한, DC 아크 플라즈마 시스템을 이용하여 기존의 나노 분말의 제조방법에 비해 경제적이고 친환경적인 나노 분말의 제조방법을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0016] 본 발명의 실시 예를 따르는 플라즈마 장치는, 플라즈마를 발생시키는 토치; 상기 토치에서 발생하는 플라즈마의 유동 방향으로 연장되는 반응관; 및 상기 반응관은 상기 반응관의 중심축에서 벗어난 방향으로 분말을 주입하는 제 2분말 투입구를 포함하는 것을 포함한다.

[0018] 본 발명의 실시 예를 따르는 나노 분말의 제조방법은, 토치에서 플라즈마를 발생시키는 단계(단계 1); 상기 토치 내부로 제 1분말을 주입하는 단계(단계 2); 상기 토치 내부로 주입된 제 1분말이 반응관으로 이동하는 단계(단계3); 상기 반응관으로 제 2분말을 주입하는 단계(단계 4); 및 상기 제 2분말이 회전하는 단계 (단계 5); 를 포함한다.

발명의 효과

[0020] 본 발명의 실시 예를 따르는 플라즈마 장치 및 나노 분말의 제조방법은 친환경적이고 경제적으로 나노 분말을 제조할 수 있다.

[0022] 또한, 원료물질 자체인 탄소나노섬유의 구조적 결함을 최소화하고 본연의 형상을 유지하는 복합 나노 분말을 제조할 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0024] 도 1은 본 발명의 실시 예를 따르는 플라즈마 장치를 도시한 것이다.
- 도 2는 도 1의 장치의 토치에서 발생하는 플라즈마 제트가 분출되는 방향을 도시한 것이다.
- 도 3은 본 발명의 일 실시 예를 따르는 플라즈마 장치를 도시한 것이다.
- 도 4는 본 발명의 실시 예를 따르는 반응관의 사시도이다.
- 도 5는 도 4의 반응관의 A와 A'을 따르는 절단면을 도시한 것이다.
- 도 6은 도 4의 반응관 내부에서 제 2분말의 이동원리를 구체적으로 보이기 위한 그림이다.
- 도 7은 도 4의 반응관의 B와 B'을 따르는 절단면을 도시한 것이다.
- 도 8은 도 7의 반응관으로 제 2분말 및 가스의 주입방향과 흐름방향을 도시한 것이다.
- 도 9는 반응관 및 포집부에서 포집된 복합체 분말의 X-선 피크분석을 탄소나노섬유 본연의 X-선 피크분석 결과와 비교한 그래프이다.
- 도 10은 반응관 내부에서 포집된 분말을 SEM 분석장치를 이용하여 이미지화 한 사진이다.
- 도 11은 반응관 내부에서 포집된 분말을 SEM 분석장치를 이용하여 이미지화 한 또 다른 사진이다.
- 도 12는 포집부에서 포집된 분말의 이미지이다.
- 도 13은 포집부에서 포집된 분말의 또 다른 이미지이다.
- 도 14는 포집부에서 포집된 분말의 입자크기 분포를 나타낸 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0025] 이하, 첨부된 도면을 참조하여 본 발명의 바람직한 실시 형태들을 다음과 같이 설명한다. 그러나, 본 발명의 실시 형태는 여러 가지 다른 형태로 변형될 수 있으며, 본 발명의 범위가 이하 설명하는 실시 형태로 한정되는 것은 아니다. 또한, 본 발명의 실시 형태는 당해 기술분야에서 평균적인 지식을 가진 자에게 본 발명을 더욱 완전하게 설명하기 위해서 제공되는 것이다. 따라서, 도면에서의 요소들의 형상 및 크기 등은 보다 명확한 설명을 위해 과장될 수 있으며, 도면 상의 동일한 부호로 표시되는 요소는 동일한 요소이다. 또한, 유사한 기능 및 작용을 하는 부분에 대해서는 도면 전체에 걸쳐 동일한 부호를 사용한다. 덧붙여, 명세서 전체에서 어떤 구성요소를 "포함"한다는 것은 특별히 반대되는 기재가 없는 한 다른 구성요소를 제외하는 것이 아니라 다른 구성요소를 더 포함할 수 있다는 것을 의미한다.

[0027] 플라즈마 장치.

- [0028] 이하, 플라즈마 장치를 설명한다.

- [0030] 도 1은 본 발명의 실시 예를 따르는 플라즈마 장치를 도시한 것이다.

- [0032] 도 1을 참조하면, 본 발명의 실시 예를 따르는 플라즈마 장치는, 플라즈마를 발생시키는 토치(110); 및 상기 토치에서 발생하는 플라즈마의 유동 방향으로 연장되는 반응관(130); 을 포함하고, 상기 반응관은 제 2분말 투입구를 포함하고, 상기 제 2분말 투입구는 상기 반응관의 중심축에서 벗어난 방향으로 분말을 주입한다.

- [0034] 본 발명의 일 실시형태에 있어서, 플라즈마 장치는 이송식 또는 비이송식 플라즈마 장치를 사용할 수 있다. 이송식 또는 비이송식 플라즈마 장치는 원료분말이 기화 및 냉각되어 나노분말이 이루어지는 반응이 일어나는 반응관(130)과; 상기 반응관 내에 열원을 공급하는 플라즈마 토치(110)와; 플라즈마 방전시 열팽창에 의해 고속의

제트기류가 발생하므로 반응관과 플라스마 토치 사이에 분리되지 않도록 하는 토치 고정장치(120); 플라스마 토치에 있는 제 1분말 투입구(140); 반응관에 있는 제 2분말 투입구(150); 나노 분말이 포집되는 포집부(160); 폐가스를 배출시키는 배출구(170); 등으로 구성된다.

- [0035] 토치는 토치 내의 전극에서 아크를 발생시켜서 수직 방향으로 플라스마 제트를 분사시킬 수 있다. 또한, 토치를 열로부터 보호하기 위하여 양쪽의 전극을 수냉 시키도록 할 수 있다. 반응관은 창이 부착된 스테인리스 이중관으로 되어 있을 수 있다. 배출구로 배출되는 가스는 스크리버를 통해 정화시켜 처리될 수 있다.
- [0037] 본 발명의 일 실시 예에 따른 플라스마 장치는, 상기 토치로 제 1분말을 공급하는 제 1분말 투입장치 및 상기 반응관으로 제 2분말을 공급하는 제 2분말 투입장치를 포함할 수 있다.
- [0038] 원료물질인 제 1분말 및 제 2분말을 각각 플라스마 토치내부, 반응관으로 일정속도로 일정하게 주입하기 위하여 상기 제 1분말 투입장치 및 상기 제 2분말 투입장치를 사용할 수 있으며, 상기 제 1분말 투입장치 및 상기 제 2분말 투입장치의 내부 운반기체는 불활성 기체인 아르곤 가스 사용할 수 있다.
- [0039] 상기 제 1분말 투입장치와 연결된 상기 제 1분말 투입구는 상기 토치에 연결되어 있을 수 있고, 상기 제 2분말 투입구는 상기 반응관의 상단부에 연결되어 있을 수 있다. 상기 제 1분말 투입구는 상기 토치의 상단에 연결됨으로써 상기 제 1분말을 토치 내부로 주입시켜 아크에 의한 제트기류 방향으로 하강하도록 할 수 있다. 또한, 상기 제 1분말 투입구는 상기 토치의 측면에 연결됨으로써 상기 제 1분말을 토치 내부로 주입시킬 수 있으며, 본 발명은 연결 방향에 대해 특별히 한정하지 않는다.
- [0041] 상기 제 2분말 투입장치와 연결된 상기 제 2분말 투입구는 상기 반응관의 상단부의 측면에 적어도 하나 이상 있을 수 있다. 상기 제 2분말 투입구는 상기 반응관의 중심축에서 벗어난 방향으로 분말을 주입할 수 있다. 상기 반응관은 상기 플라스마의 유동 방향을 축으로 제 2분말을 회전하도록 구성될 수 있다.
- [0042] 상기 제 2분말 및 운반가스(아르곤)는 상기 제 2분말 투입구를 통해 이동하게 되며 내부관 형상에 따라 회전성을 가지게 되고 원심력에 의해 상기 반응관의 내부 벽과 근접한 상태로 하강할 수 있다. 또한, 플라스마의 열팽창에 의해 발생하는 고속의 기류로 인해 상기 제 2분말은 내부 벽과 더욱 근접할 수 있으며, 따라서 제 2분말은 본연의 형상을 유지할 수 있다.
- [0043] 일 실시 예로 원형인 상기 반응관의 상단부에 각각 2개가 존재할 수 있으며, 본 발명은 특별히 한정하지 않는다. 상기 제 2분말 투입구는 상기 반응관의 상단부의 측면에 연결되어 상기 제 2분말과 운반가스(아르곤)이 상기 제 2분말 투입구를 통해 반응관 내부로 주입될 수 있다.
- [0044]
- [0045] 상기 제 1분말은 타이타늄(Ti) 일 수 있으며, 상기 제 2분말은 탄소나노섬유(CNT)일 수 있다. 본 발명은 특별히 한정하지 않는다.
- [0047] 도 2는 도 1의 장치의 토치에서 발생하는 플라스마 제트가 분출되는 방향을 도시한 것이다.
- [0048] 도 2를 참조하면, 본 발명의 일 실시 예에 따른 상기 토치에서 발생하는 플라스마의 유동방향은 상기 반응관의 상단부에서 하단부로 향할 수 있다.
- [0049] 플라스마는 주로 아크 방전에 의해 발생시킨 전자, 이온, 중성입자로 구성된 기체로 구성입자가 1,000℃ 내지 20,000℃와 100m/s 내지 2,000 m/s를 갖는 고속의 제트 불꽃 형태를 이루고 있다. 이렇게 고온, 고열용량, 고속, 다량의 활성입자를 갖는 플라스마의 특성을 이용하여, 제래식 기술에서는 만들 수 없는 다양하고 효율적인 고온 열원이나 물리화학 반응기(reactor)로 사용되어, 여러 산업분야에서 이용되고 있다. 또한 나노입자 중합과 나노구조 코팅의 증착에 많은 장점을 가지고 있다.
- [0050] 본 발명에서는 플라스마의 대표적인 발생법으로써 직류 또는 교류 아크방전을 발생하는 플라스마 장치를 사용할 수 있다. 일 예로, 제트 방식인 비이송식 (non-transferred type)으로 텅스텐 음극 봉과 동 양극 노즐간의 직류 아크 방전을 이용하는 것, 관 형태의 동 전극간의 직류 또는 교류 아크방전을 이용하는 것, 자체를 인가해서 전극상의 아크 점을 회전 이동시켜서 전극의 손실을 방지하고 부수적으로 플라스마를 회전시키는 것일 수 있다.

또한, 대상을 양극으로 하며 토치의 음극에서 이것에 직접 아크를 집중하는 방식인 이송식(transferred type)이 사용될 수 있다.

[0051]

[0052]

본 발명의 일 실시 예에 따른 플라즈마 장치는 상기 플라즈마의 유동 방향을 축으로 상기 제 2분말을 회전하도록 구성된 반응관을 포함할 수 있다. 도 4는 본 발명의 실시 예를 따르는 반응관의 사시도이고, 도 5는 도 4의 반응관의 A와 A'을 따르는 절단면을 도시한 것이며, 도 6은 도 4의 반응관 내부에서 제 2분말의 이동원리를 구체적으로 보이기 위한 그림이다.

[0054]

상기 반응관은 아크 플라즈마의 고온부를 보다 효율적으로 운용하기 위해 고안된 장치이다.

[0056]

도 5 및 도 6을 참조하면, 탄소나노 섬유분말과 운반가스(아르곤)는 상기 제 2 분말 투입구를 통해 이동하게 되며 내부관 형상에 따라 회전성을 가지게 되고, 도 6과 같이 회전성을 띄게 되어 원심력에 의해 반응관의 내부 벽과 근접한 상태로 하강할 수 있다. 또한, 플라즈마의 열팽창에 의해 발생하는 고속의 기류는 탄소나노 섬유분말과 운반가스(아르곤)를 더욱더 내부 벽과 근접할 수 있게 한다. 이러한 현상들에 의해 탄소나노섬유 분말은 본연의 형상을 유지할 수 있다. 다른 분말인 타이타늄은 제 1 분말 투입구를 통해 플라즈마 토치 내부로 주입되므로 아크에 의한 제트기류 방향으로 하강하게 된다. 또한 반응관 내부벽은 고온의 플라즈마 영역에 노출되므로 장시간에 노출되어도 내부벽 표면 변형 등의 문제가 없도록 물을 순환시켜 냉각시킬 수 있다.

[0058]

또 다른 본 발명의 일 실시 예에 따른 플라즈마 장치는 상기 반응관은 상단부에서 하단부로 갈수록 내부 직경이 작아질 수 있다.

[0059]

상기 반응관은 상단부에서 하단부로 갈수록 내부 직경이 작아지므로 플라즈마 영역에서 발생하는 타이타늄 나노 분말과 탄소나노섬유 분말의 혼합이 잘 이루어지며, 압축과 팽창과정을 통해 반응관 하단부와 연결된 포집부로 이동하여 반응관에서 생성된 분말은 포집부의 내부 벽 및 하단부에 이동하여 축적된다. 또한 일부의 분말 및 운반기체는 배출구를 통하여 이동되므로 포집부의 압력은 대기압과 근접한 상태로 유지될 수 있다.

[0061]

도 3은 본 발명의 일 실시 예를 따르는 플라즈마 장치를 도시한 것이다.

[0063]

도 3을 참조하면, 본 발명의 일 실시 예를 따르는 플라즈마 장치는 직류 전원장치(200), 제 1 분말 투입장치(300), 제 2 분말 투입장치(400) 및 아르곤 가스통(500)을 더 포함할 수 있다.

[0065]

아크 플라즈마를 최초 발생시키고 유지시키기 위해 수냉식 직류 전원장치를 사용할 수 있으며, 플라즈마 토치 내부에 발생된 아크를 안정적으로 유지하기 위해 불활성기체인 아르곤 가스를 플라즈마 유지가스로 사용하여 토치 내부로 흐르게 할 수 있다. 플라즈마 방전시, 열팽창에 의해 고속의 제트기류가 발생하므로 반응관과 플라즈마 토치사이에는 분리되지 않도록 고정장치를 사용할 수 있다. 또한, 원료물질인 타이타늄 및 탄소나노섬유 분말을 각각 플라즈마 토치내부(타이타늄), 반응관(탄소나노섬유)으로 일정속도로 일정하게 주입하기 위하여 제 1 분말 투입장치 및 제 2 분말 투입장치를 사용하였으며, 제 1 분말 투입장치 및 제 2 분말 투입장치에서 분말을 운반하는데 사용하는 운반기체는 불활성 기체, 예를 들면 아르곤 가스일 수 있다. 아르곤은 8족 원소이기 때문에 비교적 적은 에너지에 의해서도 전자의 방출이 용이하며 비활성 기체로 화학반응에 거의 영향이 없으므로 열 플라즈마의 발생에 효율적이다. 아르곤 플라즈마 가스는 고온에서도 불활성이고, 분자량이 작으며 열의 확산이 용이하므로 아크의 전류밀도를 높여 고온의 플라즈마를 얻을 수 있다.

[0067]

도 7은 도 4의 반응관의 B와 B'을 따르는 절단면을 도시한 것이다. 도 8은 도 7의 반응관으로 제 2분말 및 가스의 주입방향과 흐름방향을 도시한 것이다.

- [0069] 일 실시 예로, 상기 반응관의 상단부에는 제 2 분말 투입장치가 연결된 제 2 분말 투입구가 2개 있고 내부관을 통하여 제 2 분말과 아르곤 가스가 주입될 수 있다. 제 2 분말 투입장치에서 사용되는 운반기체는 아르곤 가스일 수 있으며 제 2 분말과 아르곤 가스는 각각 5 L/min의 유속으로 함께 주입될 수 있다.
- [0071] 도 9는 반응관 및 포집부에서 포집된 복합체 분말의 X-선 피크분석을 탄소나노섬유 본연의 X-선 피크분석 결과와 비교한 그래프이다.
- [0073] 도 9를 참조하면, 반응관(RT) 및 포집부(CW)에서 포집된 복합체 분말의 X-선 피크분석을 탄소나노섬유(CNT) 본연의 X-선 피크분석 결과와 비교한 결과를 알 수 있다. 각 그래프의 상단에 표시된 별(★) 모양은 탄소 나노섬유의 본연의 피크를 나타낸 것이고, 원(●) 모양은 타이타늄의 피크를 나타낸다. 반응관(RT)에서 포집된 분말은 대부분의 피크가 타이타늄이고, 탄소나노섬유 피크는 눈에 띄게 나타나지 않는 것으로 보아 타이타늄이 대부분인 분말인 것을 확인할 수 있고, 포집부(CW)에서 포집된 분말은 타이타늄과 탄소나노섬유 피크가 모두 나타나는 것을 확인할 수 있어 복합체 분말임을 확인할 수 있다.
- [0075] 도 10 및 도 11은 반응관 내부에서 포집된 분말을 SEM 분석장치를 이용하여 이미지화 한 사진이다.
- [0076] X-선 분석결과와 도 10 및 도 11을 통해서 알 수 있듯이, 반응관 내부의 분말은 대부분이 타이타늄이며, 일부의 겉 표면에만 탄소나노섬유가 부착된 상태로 구성된 것을 알 수 있다.
- [0078] 도 12 및 도 13은 포집부에서 포집된 분말의 이미지이다.
- [0079] 도 12 및 도 13을 참조하면, 대부분의 구성물질이 탄소나노섬유이고 섬유의 겉 표면에는 구형의 타이타늄 나노입자가 부착된 상태임을 확인할 수 있다.
- [0081] 도 14는 포집부에서 포집된 분말의 입자크기 분포를 나타낸 그래프이다.
- [0082] 도 14를 참조하면, 도 12에서 보여지는 구형 타이타늄의 나노입자 300개를 측정한 결과, 평균지름은 19nm 이고, 대부분의 입자는 16nm 내지 22nm 범위 내의 입자크기를 갖는 것을 알 수 있다.
- [0084] 따라서 본 발명인 플라즈마 장치는, 원료물질 자체의 탄소 나노섬유의 구조적 결함을 최소화하고 본연의 형상을 유지하고자 토치와 포집부 사이에 회전성 기류를 형성시켜 내벽으로 이동시킬수 있는 반응관을 가짐으로써 본연의 형상을 유지한 상태로 구형 타이타늄 나노입자가 부착된 타이타늄-탄소나노섬유 복합체를 제조할 수 있는 장점이 있다.
- [0086] 본 발명의 또 다른 실시 예에 따르는 나노 분말의 제조방법은, 토치에서 플라즈마를 발생시키는 단계(단계 1); 상기 토치 내부로 제 1분말을 주입하는 단계(단계 2); 상기 토치 내부로 주입된 제 1분말이 반응관으로 이동하는 단계(단계3); 상기 반응관으로 제 2분말을 주입하는 단계(단계 4); 및
- [0087] 상기 제 2분말이 회전하는 단계 (단계 5); 를 포함한다.
- [0089] 이하 각 단계별로 상세히 설명한다.
- [0091] 먼저, 상기 단계 1은 플라즈마를 발생시키는 단계이다. 상기 플라즈마(plasma)는 직류 아크를 이용하는 플라즈마 토치에서 발생시킨 전자, 이온, 원자와 분자로 구성된 이온화 기체로, 수천에서 수만 K에 이르는 초고온과

높은 열용량을 가진 고속 제트 불꽃 형태를 띠고 있어서 고체, 액체, 기체와는 전혀 다른 극한적인 물리화학적 특성을 갖는 제4의 물질의 상태이다.

- [0092] 본 발명의 플라즈마는 이송식 또는 비이송식 플라즈마 장치에 의해 발생될 수 있다. 상기 플라즈마 장치에서는 작동가스로서 아르곤 가스, 공기, 질소 가스 또는 이의 혼합가스를 사용할 수 있으며, 특히 아르곤 가스일 수 있다. 아르곤은 8족 원소이기 때문에 비교적 적은 에너지에 의해서도 전자의 방출이 용이하며 비활성 기체로 화학반응에 거의 영향이 없으므로 플라즈마의 발생에 가장 널리 사용된다. 아르곤 플라즈마 가스는 고온에서도 불활성이므로 분자량이 작으며 열의 확산이 용이하므로 아크의 전류밀도를 높여 고온의 플라즈마를 얻을 수 있다.
- [0093] 본 발명의 일 실시 예에 따른 비이송식 플라즈마 장치에서는 작동가스로서 아르곤과 질소의 혼합 플라즈마 가스를 사용할 수 있다. 아르곤 플라즈마 가스는 8족 원소이기 때문에 비교적 적은 에너지에 의해서도 전자의 방출이 용이하며, 질소와 수소와 같은 이원자 분자는 해리, 재결합, 탈리의 과정에 의해 재결합 과정에서 벌크 구리의 증발에 필요한 열을 발생하기 때문이다. 본 발명은 특별히 한정하지 않는다.
- [0095] 상기 단계 2는 토치 내부로 제 1분말을 주입하는 단계이다. 상기 토치에는 제 1 분말 투입구가 연결되어 있고, 상기 제 1분말 투입구를 통해 제 1 분말이 반응관 내부로 들어갈 수 있다. 상기 제 1 분말 투입구는 상기 토치의 상단에 연결됨으로써 상기 제 1 분말을 토치 내부로 주입시켜 아크에 의한 제트기류 방향으로 하강하도록 할 수 있다. 또한, 상기 제 1 분말 투입구는 상기 토치의 측면에 연결됨으로써 상기 제 1 분말을 토치 내부로 주입시킬 수 있으며, 본 발명은 연결 방향에 대해 특별히 한정하지 않는다.
- [0096] 상기 제 1 분말을 토치 내부로 주입시키기 위한 가스로는 아르곤 가스를 사용할 수 있다. 플라즈마 장치의 입력 전력은 13.2 kW일 수 있고, 제 1분말의 주입속도는 각각 0.5g/min일 수 있다. 주입 방향은 제 1분말은 토치 내부로 주입되고, 플라즈마 토치 내부로 흐르는 가스는 아르곤 가스로서 유속은 15 L/min이고, 제 1 분말 투입장치에서 사용되는 운반기체 또한 아르곤 가스로서 제 1 분말과 아르곤 가스는 각각 5 L/min의 유속으로 함께 주입될 수 있다.
- [0097] 상기 제 1 분말은 원료물질로써 타이타늄(Ti)일 수 있으며 본 발명은 특별히 한정하지 않는다.
- [0099] 상기 단계 3은 상기 토치 내부로 주입된 제 1분말이 반응관으로 이동하는 단계이다.
- [0100] 상기 제 1분말은 플라즈마 토치 내부로 주입되므로 아크에 의한 제트기류 방향인 반응관 상단부에서 하단부로 하강하게 된다.
- [0102] 상기 단계 4는 상기 반응관으로 제 2분말을 주입하는 단계이다.
- [0103] 상기 반응관은 아크 플라즈마의 고온부를 보다 효율적으로 운용하기 위해 고안된 장치이다. 일 실시 예로 제 2 분말로써 탄소나노 섬유분말과 운반 가스로서 아르곤 가스는 제 2분말 투입구를 통해 이동하게 되며 내부관 형상에 따라 회전성을 가지게 된다.
- [0105] 상기 단계 5는 상기 제 2분말이 회전하는 단계이다.
- [0106] 상기 단계 4 이후 상기 제 2분말 투입구를 통해 이동한 상기 제 2분말은 회전성을 띄게 되어 원심력에 의해 반응관의 내부 벽과 근접한 상태로 하강하게 된다. 더군다나, 플라즈마의 열팽창에 의해 발생하는 고속의 기류는 상기 제 2분말을 내부 벽과 더욱 근접할 수 있게 한다. 이러한 현상들에 의해 상기 제 2 분말은 본연의 형상을 유지할 수 있다. 이 때, 상기 제 2분말의 회전 반경은 상기 제 2분말이 상기 반응관의 하부로 이동함에 따라 작아질 수 있다. 이를 위해 상기 반응관의 내부 직경은 상부에서 하부로 갈수록 작아지는 것일 수 있다.
- [0108] 본 발명의 일 실시예를 따르는 플라즈마 장치의 입력전력은 13.2 kW일 수 있고, 제 2 분말의 주입속도는 1 g/min 일 수 있다. 상기 제 1 분말과 상기 제 2 분말의 질량 속도비는 0.5일 수 있다. 상기 제 2 분말의 주입방향은 반응관과 연결된 2개의 제 2 분말 투입구를 통해 주입될 수 있다. 플라즈마 토치 내부로 흐르는 가스는 아르곤 가스로서 유속은 15 L/min이고, 제 2 분말 투입장치에서 사용되는 운반기체 또한 아르곤 가스로서 제 2분

말과 아르곤 가스는 각각 5 L/min의 유속으로 함께 주입될 수 있다.

[0110] 상기 단계 4의 상기 제 2분말은 상기 단계 3 이전에 주입될 수도 있고, 상기 단계 3과 동시에 주입되거나 상기 단계 3 이후에 주입될 수 있다. 본 발명은 상기 반응관으로 제 2 분말을 주입하는 단계의 순서를 특별히 한정하지 않는다.

[0111] 상기 제 2분말은 원료물질로써 탄소나노섬유(CNT)일 수 있고, 본 발명은 특별히 한정하지 않는다.

[0113] 본 발명의 일 실시 예에 따른 나노 분말의 제조방법은, 기존의 습식 제조방법에 비해 친환경적이고, 전/후처리 공정이 없는 단일 공정(1step) 시스템으로서 공정 시작시간(Start-up time)이 매우 짧은 장점을 가지고 있다.

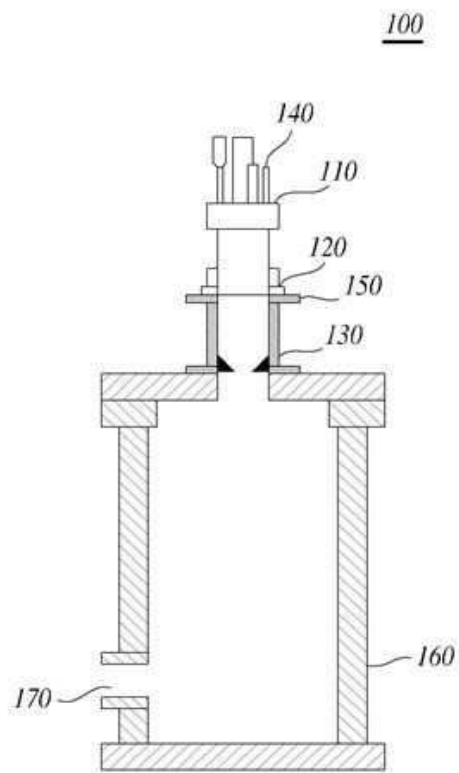
[0115] 본 발명은 상술한 실시 형태 및 첨부된 도면에 의해 한정되는 것이 아니며 첨부된 청구범위에 의해 한정하고자 한다. 따라서, 청구범위에 기재된 본 발명의 기술적 사상을 벗어나지 않는 범위 내에서 당 기술분야의 통상의 지식을 가진 자에 의해 다양한 형태의 치환, 변형 및 변경이 가능할 것이며, 이 또한 본 발명의 범위에 속한다고 할 것이다.

부호의 설명

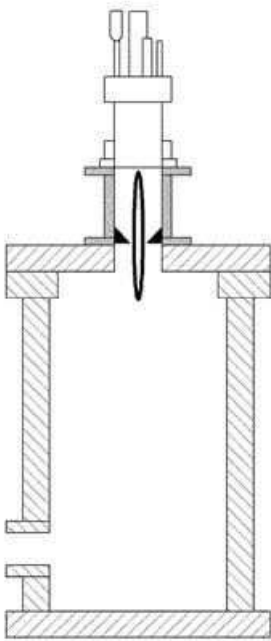
[0117] 100: 플라즈마 장치
110: 토치
120: 토치 고정장치
130: 반응관
140: 제 1분말 투입구
150: 제 2분말 투입구
160: 포집부
170: 배출구
200: 직류 전원 장치
300: 제 1분말 투입장치
400: 제 2분말 투입장치
500: 아르곤 가스통

도면

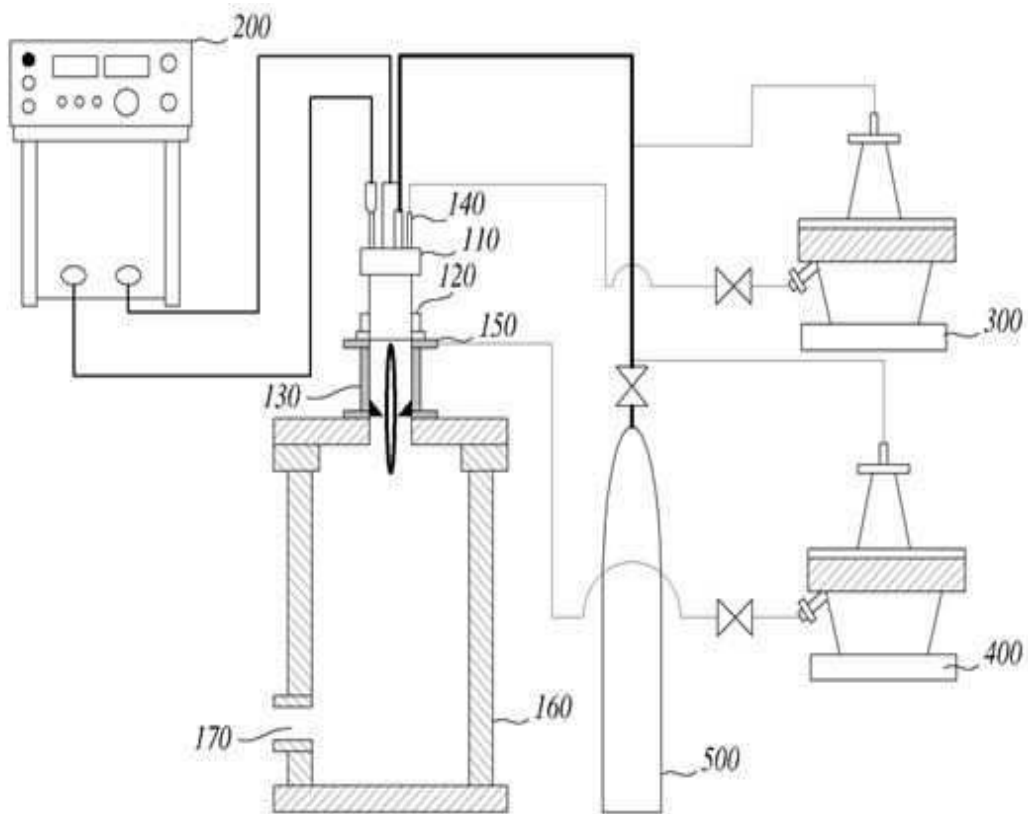
도면1



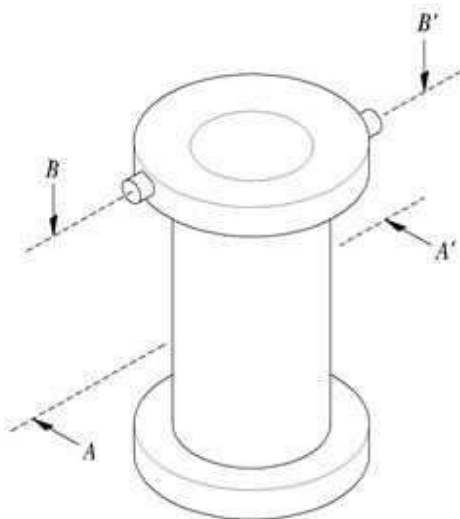
도면2



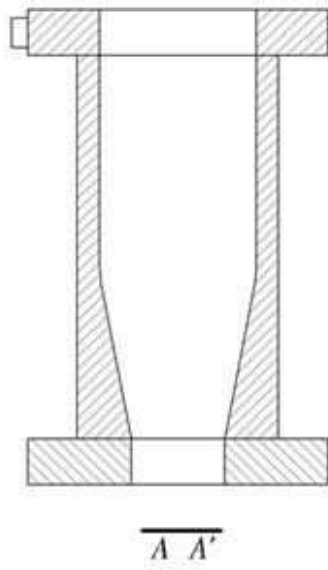
도면3



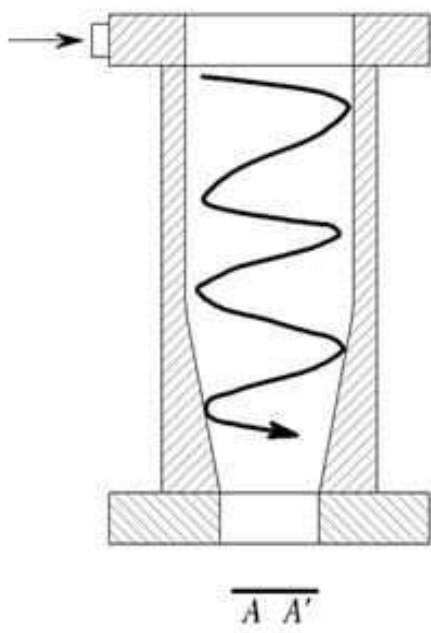
도면4



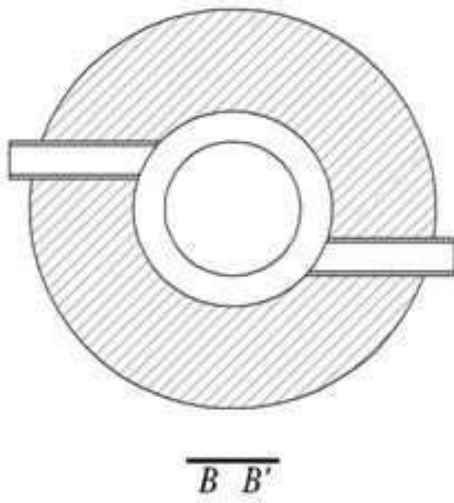
도면5



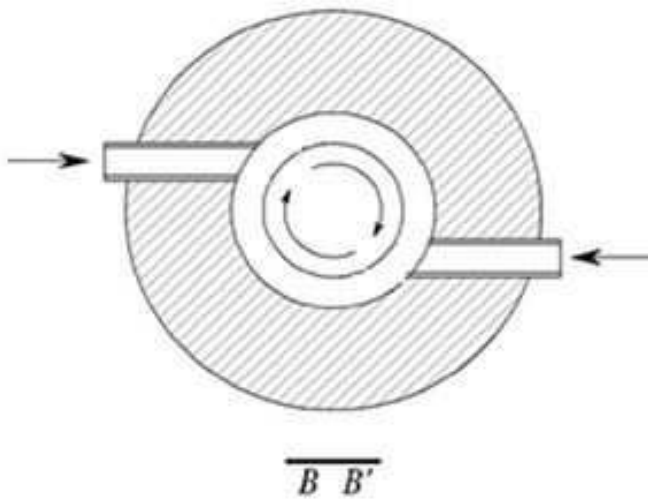
도면6



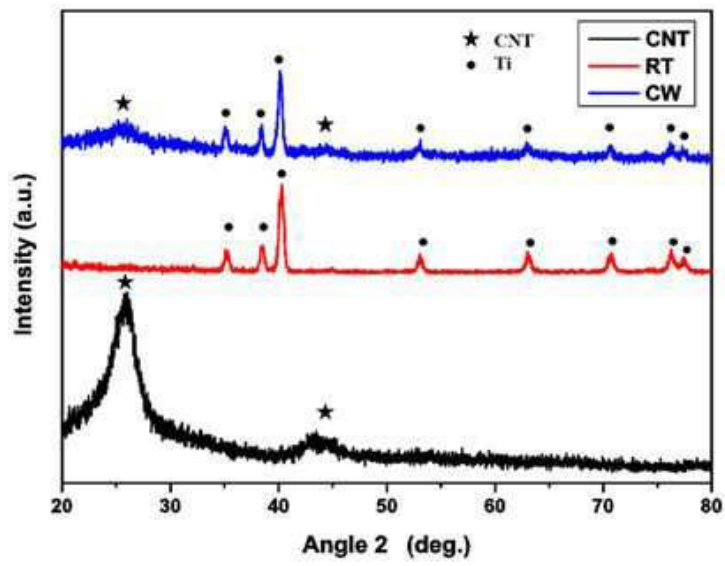
도면7



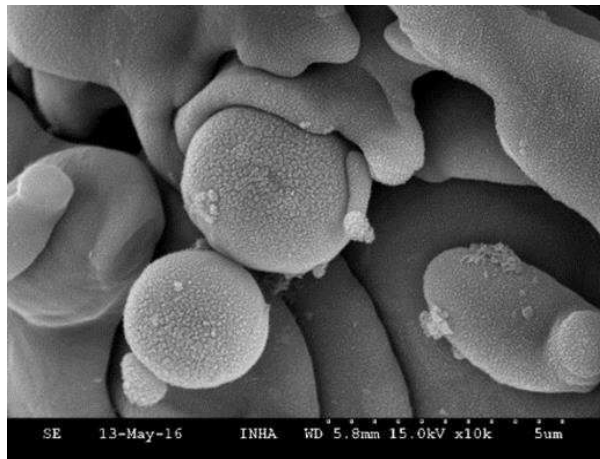
도면8



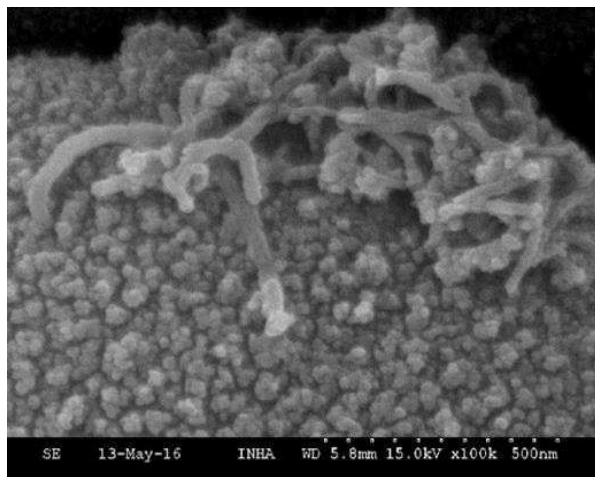
도면9



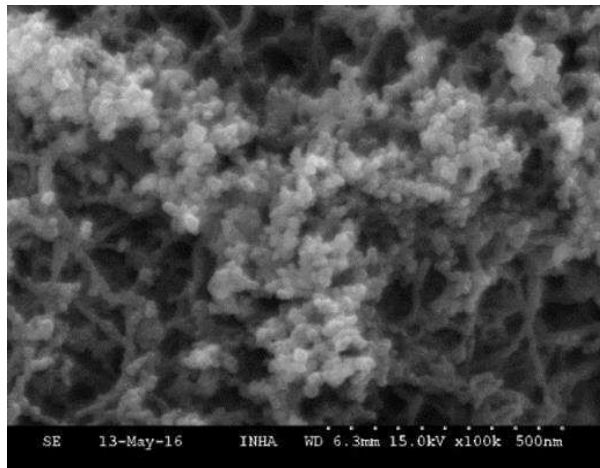
도면10



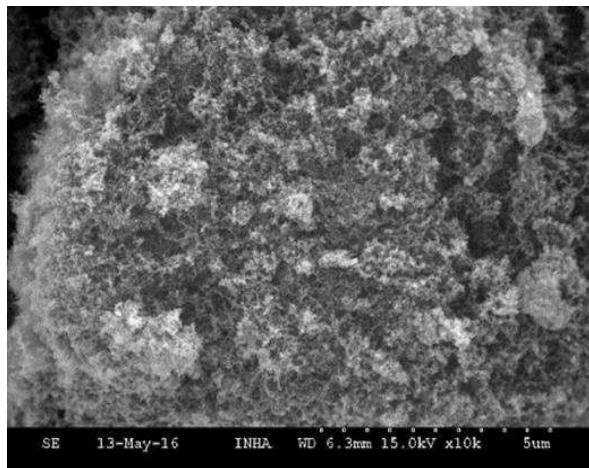
도면11



도면12



도면13



도면14

